

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

There is provided a method for producing an electroconductive powder. In accordance with the present invention, the elecctroconductive powder contains 0.1~20 Wt % antimony, and the rest of it consists of oxide tin by adding solutions that is obtained 5 by dissolving 78~783g/l sodium tin and 0.085~212 g/l in a mixture of alcohol, sodium solution, and acetone in heating water.

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
⑪ 公開特許公報 (A) 昭56—156606

⑫ Int. Cl.³
H 01 B 1/20

識別記号 庁内整理番号
6730—5E

⑬ 公開 昭和56年(1981)12月3日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

④導電性微粉末の製造法

⑤特 願 昭55—59618
⑥出 願 昭55(1980)5月6日
⑦發明者 吉住素彦

W45012012

浦和市大東3丁目16番9号

⑧出願人 三菱金属株式会社
東京都千代田区大手町1丁目5
番2号
⑨代理人 弁理士 富田和夫 フクダ・カズオ

明細書

1. 発明の名称

導電性微粉末の製造法

2. 特許請求の範囲

加熱水中に、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの1種または2種以上の混合液に78～78.39%の塩化錫と0.085～21.2%の塩化アンチモンとを溶解したものからなる溶液を加えることによつて、アンチモン：0.1～2.0重量%を含有し、残りが実質的に塩化錫からなる組成を有し、かつ0.2μm^{以下}の平均粒径を有する微粉末を析出生成せしめることを特徴とする導電性微粉末の製造法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、白色の色調を有すると共に、良好な導電性を有し、特にプラスチックやシリコンゴ

ムなど（以下これらを総称してプラスチックと略記する）に混入して、これらに導電性を付与する目的で使用するのに適した導電性微粉末の製造法に関するものである。

從来から、金属粉末やカーボン粉末などの導電性粉末をプラスチックに混入することによつて、これに導電性を付与することが行なわれているが、このようにプラスチックに金属粉末やカーボン粉末を混入すると、プラスチック自体のもつ色調が損なわれて灰色または黒色がかつた色調をもつようになるため、プラスチックの色調はかなり制限されたものになり、さらにプラスチックが本来具備する透明性も損なわれるようになることから、その用途は限られたものにからざるを得ないものであつた。

したがつて、例えば、近年、表示用電極、保護膜、静電防止用フィルム、さらに透明発熱体などとして多く用いられるようになつてきた導電性と透明性が要求されるプラスチック塗膜や同シート、さらに同板には、透明なプラスチックの表面に極

く薄く金属または酸化インジウムなどの導電層を被覆したものが使用されている。

本発明者等は、上述のような透明なプラスチックの表面に導電薄層を形成することによつて透明性と導電性とを具備させるという観点とは異つた観点に立ち、プラスチック中に混入することによつて、プラスチックのもつ透明性を損なうことなく、これに良好な導電性を付与することのできる導電性微粉末を製造すべく研究を行なつた結果、

(a) 粉末を混入させてもプラスチックのもつ透明性や色調が損なわれないようにするために、混入する粉末が光を吸収しない、すなわち白色を呈すると共に、プラスチックのもつ光屈折率：1.6～1.7に近い光屈折率をもつものであるか、あるいは $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下、すなわち可視光の波長より小さい平均粒径をもつことが必要であること。

(b) 酸化錫（以下 SnO_2 で示す）粉末は、白色を呈し、かつ導電性を有するが、これにアンチモン（Sb）を含有させると、さらに一段と導電性が向上するようになること。

- 3 -

μm 以下の平均粒径をもつたSb含有の SnO_2 微粉末が析出生成するようになること。

(c) 上記(e)項で得られたSb含有の SnO_2 微粉末を、プラスチック中に混入しても、これが光の散乱源とはならないので、プラスチックのもつ色調が損なわれることではなく、また前記プラスチックが數 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ 以下の厚さを有するプラスチックフィルムである場合には、その透明性も損なわれることなく、しかも前記プラスチックは良好な導電性をもつようになること。

以上(a)～(c)に示される知見を得たのである。

この発明は、上記知見にもとづいてなされたものであつて、加热水中に、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの1種または2種以上の混合液に $7.8\sim7.838\text{ g/l}$ の SnCl_4 と $0.085\sim2.128\text{ g/l}$ の SbCl_3 とを溶解したものからなる溶液を注入することによつて、Sb: 0.1～2.0重量%を含有し、残りが実質的に SnO_2 からなる組成を有すると共に、 $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の平均粒径を有し、特にプラスチックに導電性を付与する目的で

(d) Sbを含有した SnO_2 粉末は $2.0\sim2.1$ の光屈折率を有しており、したがつて、これをプラスチックに、その色調や透明性を損なうことなく、導電性を付与する目的で混入する際しては、その平均粒径を $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下に微細化する必要があること。

(e) 従来、Sb含有の SnO_2 粉末の製造法としては、 SnO_2 粉末とSb化合物とを焼成する方法や、 Sn 化合物とSb化合物とを混合した後、焼成する方法などが知られているが、これらの公知の製造法によつて製造されたSb含有の SnO_2 粉末は、いずれも $0.2\text{ }\mu\text{m}$ を超えた平均粒径をもつたものになつており、したがつて、これらの公知の方法では $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の平均粒径をもつたSb含有の SnO_2 微粉末を製造することはできないこと。

(f) しかし、加热水中に、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの1種または2種以上の混合液に塩化錫（以下 SnCl_4 で示す）と塩化アンチモン（以下 SbCl_3 で示す）とを溶解したものからなる溶液を加えると、前記加热水中には $0.2\text{ }\mu\text{m}$

- 4 -

混入した場合に、その色調を損なわず、しかも前記プラスチックが数 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ 以下の厚さを有するプラスチックフィルムであれば、その透明性も損なうものではない微粉末を析出生成せしめることに特徴を有するものである。

つぎに、この発明の導電性微粉末の製造法において、上記の通りに数値限定した理由を説明する。

(a) 液中の SnCl_4 含有量

その含有量が 7.8 g/l 未満では、実質的に SnCl_4 の含有量が少なすぎて、加水分解による SnO_2 微粉末の析出速度が遅くなり、長時間の処理時間を必要とするようになつて経済的でなく、一方 7.838 g/l を超えて含有せると、析出するSb含有 SnO_2 微粉末の粒径が $0.2\text{ }\mu\text{m}$ を超えて大きくなることから、その含有量を $7.8\sim7.838\text{ g/l}$ と定めた。

(b) 液中の SbCl_3 含有量

SnCl_4 との相対関係において、その含有量が 0.085 g/l 未満では、析出生成するSb含有 SnO_2 微粉末中のSb含有量が 0.1 重量%未満となつてし

- 5 -

まい。一方 2128/4 を越えて含有させると、逆に前記 Sb 含有 SnO_2 微粉末中の Sb 含有量が 20 重量% を越えて高くなることから、その含有量を 0.085 ~ 2128/4 と定めた。

(c) Sb 含有 SnO_2 微粉末における Sb 含有量

その含有量が 0.1 重量% 未満では、所望の良好な導電性を確保することができず、一方 20 重量% を越えて含有させると、粉末の白色が失なわれて青味を帯びるようになつて、プラスチックに混入した際に、その色調や透明性が損なわれるようになることから、その含有量を 0.1 ~ 20 重量% と定めた。

(d) Sb 含有 SnO_2 微粉末の平均粒径

0.2 μm を越えた平均粒径にすると、可視光を散乱させ、プラスチック中への混入に際して、プラスチックのもつ色調や透明性を損なうようになることから、その平均粒径を 0.2 μm 以下と定めた。

つぎに、この発明の方法を実施例により具体的に説明する。

- 7 -

加熱水の量を 5000 cc とし、この加熱水中に注入される溶液を、6 N 塩酸水溶液：300 cc、 SnCl_4 : 8.65 g と SbCl_3 : 4.93 g とを溶解したものとし、かつ前記加熱水中への前記溶液の注入時間を 4 時間とする以外は、上記実施例 1 におけると同一の条件で本発明微粉末を製造した。

この結果得られた本発明微粉末は、Sb: 5 重量% を含有し、残りが実質的に SnO_2 からなる組成、並びに 0.06 μm の平均粒径を有し、また比抵抗 : 9 $\Omega \cdot \text{cm}$ を有する導電性の良好なものであつた。さらに上記本発明微粉末を厚さ：1 mm を有するポリエチレンシートに 30 重量% 混入したところ、この結果のポリエチレンシートは、体積抵抗 : $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ を示し、かつ白色を呈するものであつた。

実施例 3

加熱水の量を 10 L とし、かつこの加熱水中に注入される溶液を、ナセトン：300 cc に 8.65 g の SnCl_4 と 10.4 g の SbCl_3 を溶解したものとする以外は、実施例 1 におけると同一の条件で本

実施例 1

水：3000 cc を温度：90°C に加熱保持し、これに激しい攪拌を加えながら、メタノール：300 cc に SnCl_4 : 8.64 g と SbCl_3 : 10.4 g とを溶解したものからなる溶液を、2 時間かけてゆっくりと注入して、Sb 含有 SnO_2 粉末を析出生成せしめ、ついで前記 Sb 含有 SnO_2 粉末を別し、洗浄し、引続いて結晶性を向上させる目的で空気中、温度：500°C に 2 時間保持の加熱処理を施すことによって本発明微粉末を製造した。

この結果得られた本発明微粉末は、Sb: 10 重量% を含有し、残りが実質的に SnO_2 からなる組成、並びに 0.06 μm の平均粒径を有し、かつ $1 \Omega \cdot \text{cm}$ の比抵抗を示す導電性の良好なものであつた。また前記本発明微粉末を、50 μm の厚さを有する塩化ビニールフィルムに 20 重量% 混入したところ、この塩化ビニールフィルムは、 $2 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ の体積抵抗を示し、しかも塩化ビニールのもつ透明性が保持されたものであつた。

実施例 2

- 8 -

発明微粉末を製造した。

この結果得られた本発明微粉末は、Sb: 10 重量% を含有し、残りが実質的に SnO_2 からなる組成、および 0.04 μm の平均粒径を有し、かつ比抵抗 : $1 \Omega \cdot \text{cm}$ を有する導電性の良好なものであつた。またこの本発明微粉末を 4 重量% 混入した厚さ 200 μm のポリエチレンシートは、体積抵抗 : $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ を示し、かつ透明度のすぐれたものであつた。

なお、上記実施例 1 では、アルコールとしてメタノールを使用した場合について述べたが、この他のアルコール、例えばエタノールやブチルアルコール、さらにイソプロピルアルコールなどを使用しても同様な結果が得られ、また、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの 2 種以上からなる混合液を使用しても同様な結果が得られるとは勿論である。

上述のように、この発明の方法によれば、白色にして導電性の良好な微粉末を簡単な操作で、コスト安く製造することができ、しかもこの結果得

- 9 -

- 10 -

られた導電性微粉末は、プラスチックに混入しても、その色調を損なうことなく、特に前記プラスチックが厚さ数10μm以下のフィルムである場合には透明性をも損なうことなく、これに良好な導電性を付与することができるなど工業上有用な効果がもたらされるのである。

出願人 三菱金属株式会社

代理人 富田和夫

-11-

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.